

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-002632

(43)Date of publication of application : 07.01.2000

(51)Int.CI.

G01N 1/28  
G01N 1/04  
G01N 30/00  
G01N 30/04  
G01N 33/00  
H01L 21/66

(21)Application number : 10-194649

(71)Applicant : SHIMIZU CORP

(22)Date of filing : 09.07.1998

(72)Inventor : YATSUYANAGI AKIRA  
KAJIMA TOMOAKI  
SUZUKI REI  
SUZUKI YOSHINOBU

(30)Priority

Priority number : 10101533

Priority date : 13.04.1998

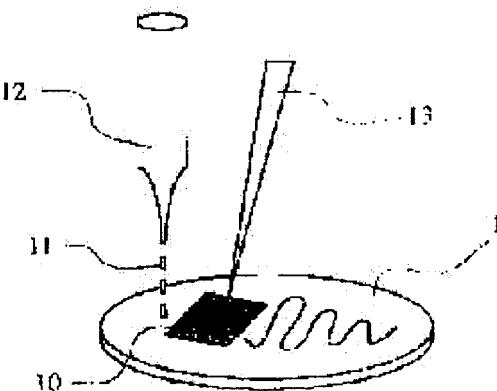
Priority country : JP

## (54) CONTAMINANT DEFLECTION METHOD

(57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To easily detect a contaminant on the surface of a silicon wafer, a liquid crystal glass substrate, a clean room interior finish material, or the like.

**SOLUTION:** The surface of a target is wiped by a wiping material 10 and a wiping liquid 11, thus wiping off a contaminant being sucked onto the target surface. All of the wiping material 10 and the wiping liquid 11 used for wiping is collected and the constituents of the contaminant being wiped by the wiping material 10 and the wiping liquid 11 are analyzed. When the target contaminant is an organic substance, a quartz wool is used as the wiping material and an organic solvent such as hexane is used as the wiping liquid, and the contaminant may be allowed to depart by heating for analysis. When the target contaminant is a metal or an ion substance, a wiper for clean room is used as the wiping material and ultra-pure water is used as the wiping liquid, the contaminant may be eluted into the solvent and the eluate may be analyzed, and the same ultra-pure water is preferably used as the solvent.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C) 1998,2000 Japanese Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12)公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2000-2632

(P 2 0 0 0 - 2 6 3 2 A)

(43)公開日 平成12年1月7日(2000.1.7)

(51)Int.CI.

G01N 1/28  
1/04  
30/00  
30/04  
33/00

識別記号

F I

G01N 1/28  
1/04  
30/00  
30/04  
33/00

テ-マニ-ジ (参考)

X 4M106  
V  
E  
A  
A

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全5頁) 最終頁に続く

(21)出願番号

特願平10-194649

(71)出願人 000002299

清水建設株式会社

東京都港区芝浦一丁目2番3号

(72)発明者 八柳 晃

東京都港区芝浦一丁目2番3号 清水建設  
株式会社内

(72)発明者 梶間 智明

東京都港区芝浦一丁目2番3号 清水建設  
株式会社内

(74)代理人 100064908

弁理士 志賀 正武 (外3名)

(31)優先権主張番号 特願平10-101533

(32)優先日 平成10年4月13日(1998.4.13)

(33)優先権主張国 日本 (J P)

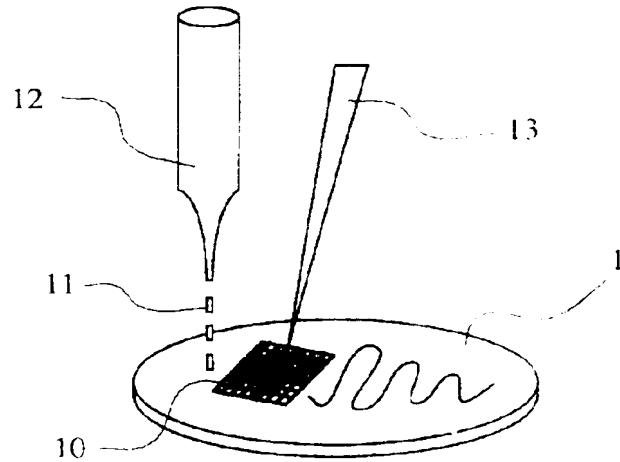
最終頁に続く

(54)【発明の名称】汚染物検出方法

(57)【要約】

【課題】 シリコングラスや液晶ガラス基板、クリーンルーム内装仕上材等を対象としてそれらの表面の汚染物検出を簡便に行なう。

【解決手段】 拭取材10および拭取液11を用いて対象物の表面に対する拭取操作を行ない、対象物表面に吸着していた汚染物を拭取る。拭取りに使用した拭取材および拭取液を全て回収し、それら拭取材および拭取液により拭き取った汚染物の成分を分析する。対象汚染物が有機物質の場合、拭取材として石英ウールを用い、拭取液としてヘキサン等の有機溶媒を用い、加熱により汚染物を離脱せしめて分析すれば良い。対象汚染物が金属やイオン物質である場合、拭取材としてクリーンルーム用マイバーを用い、拭取液として超純水を用い、汚染物を溶媒中に溶出させてその溶出液を分析すれば良く、溶媒としては同じく超純水を用いることが好適である。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 高清淨度が要求される物品を対象としてその表面に吸着ないし付着している汚染物の有無やその濃度を検出するための方法であって、清浄な拭取材および拭取液を用いて対象物の表面に対する拭取操作を行なって該表面の汚染物を拭取った後、拭取りに使用した拭取材および拭取液を回収し、該拭取材および拭取液により拭き取った汚染物の成分を分析することを特徴とする汚染物検出方法。

【請求項2】 回収した拭取材および拭取液を加熱して汚染物を離脱せしめて分析を行うことを特徴とする請求項1記載の汚染物検出方法。

【請求項3】 前記拭取材として石英ウールを用いることを特徴とする請求項2記載の汚染物検出方法。

【請求項4】 前記拭取液としてヘキサン等の有機溶媒を用いることを特徴とする請求項3または3記載の汚染物検出方法。

【請求項5】 回収した拭取材および拭取液を溶媒に浸漬して汚染物を溶媒中に溶出せしめ、その溶出液を分析することを特徴とする請求項1記載の汚染物検出方法。

【請求項6】 前記拭取材としてクリーンルーム用ワイパーを用いることを特徴とする請求項5記載の汚染物検出方法。

【請求項7】 前記拭取液および前記溶媒として超純水を用いることを特徴とする請求項5または6記載の汚染物検出方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、高清淨度が要求される各種の物品（たとえばシリコンウエハや液晶ガラス基板、あるいはクリーンルームの内装仕上材等）を対象とし、その対象物の表面に吸着ないし付着している汚染物（たとえば有機物質、金属、イオン物質等）の有無やその濃度を検出するための方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 周知のように、半導体や液晶の製造工程においてはシリコンウエハや液晶ガラス基板を高清淨度に維持しなければならず、製造工程の途中段階でこれらの表面の汚染の有無や程度を検査し評価することが重要である。

【0003】 シリコンウエハの表面に吸着ないし付着した汚染物、特に有機物質の検出方法としては、溶媒抽出法および加熱脱着法が公知である。

【0004】 溶媒抽出法は、図3に示すように、サンプル1（検査対象のシリコンウエハ）を有機溶媒2中に浸漬してその表面に吸着している汚染物を溶媒2中に抽出し、その溶媒2を濃縮してガスクロマトグラフやガスクロマトグラフ質量分析計により分析することで、抽出した汚染物の種類や濃度を特定し定量化するものである。

【0005】 加熱脱着法は、図4に示すように、サンプル1を加熱容器3内においてヒーター4により300℃程度に加熱することにより表面に吸着している汚染物を気化せしめてサンプル1より離脱せしめ、離脱せしめた汚染物を窒素ガスやヘリウムガス等のキャリアガス5により冷却捕集器6に導いて吸着剤に吸着せしめ、その吸着剤をガスクロマトグラフやガスクロマトグラフ質量分析計により分析するものである。

【0006】 また、金属やイオン物質を検出対象とする場合には、上記と同様の溶媒抽出法（ただし、分析にはイオンクロマトグラフ、原子吸光分析計、ICP-質量分析計等を用いる）や、表面分析装置（X線マイクロアナライザー、分析電子顕微鏡等）を用いて分析を行うことが公知である。

## 【0007】

【発明が解決しようとする課題】 しかし、図3に示した溶媒抽出法では、シリコンウエハ全体を浸漬するために多量の溶媒を必要とする、多量の溶媒を濃縮する必要がある、溶媒を濃縮する段階で汚染が生じる余地がある、溶媒に溶けない汚染物は検出できない、といった問題がある。

【0008】 また、図4に示した加熱脱着法は、特殊かつ高価な専用の加熱容器3を必要とする、サンプル1を加熱することで汚染物が分解したり変質してしまってそのままの状態では検出することができないことが想定される、加熱容器3内に収納できないような大きなサンプルには適用できない、液晶ガラス基板に対しては適用できない、といった問題がある。

【0009】 さらに、金属やイオン物質を検出対象とする場合に用いる表面分析装置はきわめて大掛かりかつ高価なものであるし、それらによる分析はサンプル表面の1点に対する点分析であるので、サンプルの表面全体の広い範囲にわたって検出を行う場合には多大な分析データが必要となる。

【0010】 しかも、上記従来の方法は、いずれも全ての手順を分析室や研究室内において行なうことが前提となつており、したがつて従来一般にはサンプル1をウエハカセット等の清浄状態を保持可能な容器内に収納して製造ラインから分析室や研究室まで持ち込むようにしているが、ウエハカセット等を用いるとはいえシリコンウエハを持ち運ぶことはその段階で少なからず汚染が生じる余地があると考えられ、好ましいことではない。

【0011】 ところで、近年においては、クリーンルームの内装仕上材の表面に各種の汚染物（ガス状汚染物、金属、イオン物質等）が吸着することに起因する清潔度の低下が問題とされるようになってきているが、現時点ではクリーンルームの内装仕上材を対象としてそれにに対する汚染物の分析や評価を行い得る有効適切な手段は提供されておらず、このためクリーンルームの内装仕上材自体の清潔度の確認を行うことができないという問題が

あった。なお、従来においてクリーンルームの内装仕上材に対する汚染物の分析や評価を敢えて行うとすれば、対象とする内装仕上材からサンプルを切り取り、そのサンプルに対して上記のような溶媒抽出法や加熱脱着法あるいは表面分析装置を用いての分析を行うしかないが、そのようなことではサンプルの切り取り作業に際して周囲を激しく汚染してしまうことか不可避であり、当然にクリーンルームの稼働を長期にわたって中止しなければならず、またその復旧に大変な手間を要するものとなり、全く現実的ではない。

【0012】上記事情に鑑み、本発明は、シリコンウエハや液晶ガラス基板はもとよりクリーンルームの内装仕上材等をも対象として、その表面に対する種々の汚染物の検出を簡便にしかも汚染の懸念なく行い得る有効な方法を提供することを目的とする。

#### 【0013】

【課題を解決するための手段】本発明は、高洁净度が要求される物品を対象としてその表面に吸着ないし付着している汚染物の有無やその濃度を検出するための方法であつて、清浄な拭取材および拭取液を用いて対象物の表面に対する拭取操作を行なつて該表面の汚染物を拭取つた後、拭取りに使用した拭取材および拭取液を回収し、該拭取材および拭取液により拭き取つた汚染物の成分を分析することを特徴とする。検出対象の汚染物が有機物質であるような場合には、回収した拭取材および拭取液を加熱して汚染物を離脱せしめて分析すれば良く、その場合には拭取材として石英ウールを用いることが好適であり、拭取液としてヘキサン等の有機溶媒を用いることが好適である。検出対象の汚染物が金属やイオン物質であるような場合には、回収した拭取材および拭取液を溶媒に浸漬して汚染物を溶媒中に溶出せしめてその溶出液を分析すれば良く、その場合には拭取材としてクリーンルーム用ワイパーを用いることが好適であり、拭取液および溶媒として超純水を用いることが好適である。

#### 【0014】

【発明の実施形態】図1は本発明方法をシリコンウエハに適用した場合の実施形態を示す概念図である。本実施形態の方法は検出対象の汚染物が有機物質である場合に好適なものであり、拭取材10として石英ウールを用いるとともに、拭取液11として有機溶媒たとえばヘキサンを用いることとし、検出対象物であるシリコンウエハのサンプル1表面上に拭取液11をスポット12により所定量滴下し、あるいは拭取液11を予め拭取材10に含浸させておき、ピンセット13を用いて拭取材10によりサンプル1表面全体を満遍なく拭取る操作を行なうことにより、サンプル1の表面の汚染物を拭取液11により抽出するとともに拭取材10により機械的に拭取つてしまうものである。

【0015】サンプル1の表面全体に対して上記の拭取操作を必要に応じて数回にわたって繰り返した後、拭取

操作において使用した全ての拭取材10および拭取液11をその場で回収し、ガラス捕集管(図示せず)に収納して完全気密状態に密封する。そして、そのガラス捕集管をカスクロマトグラフやガスクロマトグラフ質量分析計に接続し、ガラス捕集管内の拭取材10および拭取液11を加熱することにより拭取つた汚染物を離脱せしめ、それを分析することによって汚染物の特定と定量化を行なう。なお、拭取操作に使用する全ての器具類、つまり拭取材10としての石英ウールや、拭取液11としての有機溶媒、スポット12、ピンセット13、ガラス捕集管は、いずれも清浄度の保証されたものを用いることは当然である。

【0016】上記方法によれば、サンプル1表面に吸着していた汚染物が拭取液11に溶ける有機物であれば容易に抽出されて確実に拭取ることができることはもとより、溶媒には溶けない微粒子や各種イオン等の汚染物であっても拭取材10および拭取液11により機械的に拭取ることが可能であり、したがつて有機物のみならず全ての汚染物の検出とその特定、定量化が可能である。

【0017】そして、上記の拭取操作はなんら特殊な装置を必要としないから製造ラインの途中において容易に実施できるものであり、そのため従来のようにサンプル1を検査のために製造ラインから持ち出す必要がない。また、拭取りに使用した拭取材10および拭取液11はその場で直ちにガラス捕集管に回収して完全密封してしまうことが可能であるし、ガラス捕集管に完全密封してしまえばそれを持ち運ぶことによる汚染の余地は殆どない。したがつて、上記方法によれば検査に際して汚染が発生する懸念は従来に比べ格段に少ないものとなる。

【0018】また、上記の拭取操作はサンプル1が大型であっても何等支障なく適用できるから、従来の加熱脱着法を適用することのできなかった大型のサンプルたとえば次世代の300mmウエハや大型の液晶ガラス基板に対しても支障なく適用可能なものである。さらに、拭取液11として使用する溶媒は少量で済むから、サンプル全体を溶媒中に浸漬する従来の溶媒抽出法のように多量の溶媒を使用したりそれを濃縮する必要がない。勿論、従来の加熱脱着法による場合のように特殊かつ複雑な装置も一切必要としないことから、従来法に比較して検出コストを十分に軽減することができる。しかも、シリコンウエハのみならず液晶製造工程の途中において液晶ガラス基板に対しても同様に適用することが可能である。

【0019】図2は上記実施形態による本発明方法と従来の加熱脱着法によりそれぞれ検出したウエハ表面吸着濃度を比較して示したものである。図2から明らかなように、本発明方法では従来の加熱脱着法に比較して検出値が全般にやや低くなるものの実質的に同様の検出結果が得られ、現場にて簡便に行なう方法として十分に有効であることが実証されている。

【0020】なお、拭取液11としては多種の有機物に対する抽出性や使い易さの点から、キサンが好適であるが、たとえば四塩化炭素、二硫化炭素、アセトン、トルエン等の他の有機溶媒も採用可能であるし、さらには汚染物に対する抽出作用や洗浄作用を有するものであれば有機溶媒以外の液体を採用することも可能であり、検出対象の汚染物の種類が想定される場合や特定の汚染物を検出することを目的とするような場合にあってはそれを検出するに最適な拭取液を適宜選択して採用すれば良い。また、拭取材10としては石英ウールを採用することが現実的かつ最適であるが、石英ウールと同等のものでは他に素材を採用することも妨げるものではない。

【0021】以上で説明した実施形態は検出対象の汚染物が有機物質である場合に好適なものであるが、検出対象の汚染物が金属やイオン物質である場合には、以下のようにすることが好ましい。

【0022】すなわち、拭取材10として石英ウールを用いることはナトリウム等の金属成分が溶出する懸念があつて好ましくないので、それに代えてクリーンルーム用ワイパーを用いる。クリーンルーム用ワイパーとは、たとえばポリエスチル長纖維やホリプロビレン長纖維等を素材とし、クリーンルーム内の使用を前提として清浄度を保証した製品であつて、従来よりクリーンルーム内において多用されているものである。また、拭取液11としては有機溶媒に代えて超純水を用いる。そして、それらの拭取材10と拭取液11を用いて拭取操作を行い、それら拭取材10と拭取液11を全て回収して密封容器に密封する。ここで用いる密封容器としては上記のガラス捕集管に代えて石英容器あるいはプラスチック容器を用いることが好ましい（ガラス捕集管では石英ウールと同様にナトリウム等の金属成分が溶出する懸念があり、好ましくない）。そして、密封容器を分析室等に持ち込み、そこで、回収した拭取材10および拭取液11を溶媒に浸漬して拭き取った汚染物を溶媒中に溶出せしめ、その溶出液に対してイオンクロマトグラフや原子吸光分析計、ICP-質量分析計等により分析を行う。汚染物を溶出せらるための溶媒としては拭取液11と同じ超純水を用いれば良い。なお、拭取液11および溶媒としては超純水以外にも硝酸、水酸化ナトリウム、酢酸、硫酸等が採用可能であり、想定される汚染物の種類に応じて最適なものを選択すれば良い。

【0023】以上により、有機物質とほぼ同様の手法により金属やイオン物質の検出も簡便に行うことができる。特に、従来のように大がかりかつ高価な表面分析装置を用いる必要なく、かつ大型サンプルに対しても支障なく適用できるので、きわめて有効である。

【0024】なお、上記実施形態では拭取材10による拭取操作をピッセント13を用いて手作業で行なうものとしたが、汚染が生じる懸念がなければ拭取操作を機械

10

20

30

40

的に行なうことも可能である。たとえば、サンプル1をターンテーブル上に載せてレコード盤のように回転させながら拭取材10を一定の圧力でサンプル1表面に押し付けてサンプル1の径方向にスライドさせることでサンプル1表面全体を拭取るようにすることが考えられる。あるいは、サンプル1を固定してその表面全体をスキャニングするように拭取材10を移動させたり、逆に拭取材10を固定してサンプル1を同様に移動させることも考えられる。勿論、拭取材10の寸法や形状、拭取液11の所要量は、拭取操作を効率的かつ確実に行ない得るように任意に設定して良い。

【0025】さらに、本発明は上記のようなシリコンウエハや液晶ガラス基板等を対象とするのみならず、高清浄度が要求される各種の物品に対して同様に広く適用できるものであり、特にクリーンルームの内装仕上材（たとえばパーティションパネルや、間仕切り材として用いられるアクリル板、天井材や床材等）に対する清浄度の確認や評価を行なうために好適に採用可能である。すなわち、クリーンルームが完成した時点では、あるいは稼働中のクリーンルームの清浄度が何等かの事情で損なわれた場合には、クリーンルーム内の仕上材の特定部分を対象とし、その表面に対して上記と同様に石英ウールやクリーンルーム用ワイパー等の拭取材と有機溶媒や超純水等の拭取液を用いて同様の拭取操作を行い、拭取りに使用した拭取材と拭取液をその場で回収してガラス捕集管や石英容器あるいはプラスチック容器等の密閉容器に密封し、それを分析室や研究室に持ち運んで分析すれば良い。したがって本発明によれば、従来においては不可能であったクリーンルームの内装仕上材に対する清浄度の確認や評価が可能となるし、それをクリーンルームを稼働させたまままで製造ラインを停止せることなく簡便に実施することが可能である。勿論、内装仕上材のみならず、クリーンルーム内に設置される各種製造装置自体の表面やそれらの付属物に対しても同様に適用可能であることは言うまでもない。

【0026】

【発明の効果】以上で説明したように、本発明の検出方法は、有機溶媒や超純水等を拭取液とし石英ウールやクリーンルーム用ワイパー等を拭取材として用いて対象物表面に対する拭取操作を行ない、それら拭取液および拭取材を回収して拭取った汚染物の成分を分析するようにしたので、従来の溶媒抽出法では検出不可能であった溶媒に溶けない汚染物をも機械的に拭取ることで検出可能であり、また、従来の加熱脱着法では分解あるいは変質してしまうことが想定される汚染物もそのまま検出可能であつて、有機物質や金属、イオン物質等の種々の汚染物の検出を簡便に行なうことができるといふ効果を奏する。

【0027】また、本発明は、拭取操作のために何等特殊かつ高価な装置を必要としないから半導体や液晶の製

50

造ラインの途中においてシリコンウエハや液晶ガラス基板に対して簡便に拭取操作を実施することができ、したがって検査に際してサンプル自体を持ち運ぶ必要がないからサンプルを持ち運ぶことによる汚染の懸念がない、しかもサンプルの寸法に制約されることもなく、検出コストの削減を実現できる、という優れた効果を奏する。

【0028】そのうえ、本発明はシリコンウエハや液晶ガラス基板のみならず各種の物品に対して広く適用できるものであり、特にクリーンルームの内装仕上材に対して適用することで、従来は不可能であったクリーンルームの内装材自体の清浄度の分析や評価を簡便に行なうことが可能となる。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の検出方法をシリコンウエハに適用した場合の一実施形態を示す概念図である。

【図2】 本発明方法と従来の加熱脱着法による検出値を比較して示すグラフである。

【図3】 従来法の溶媒抽出法を示す概念図である。

【図4】 従来法の加熱脱着法を示す概念図である。

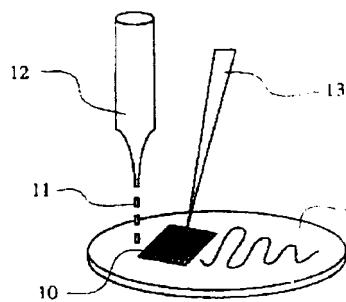
## 【符号の説明】

1 サンプル (対象物)

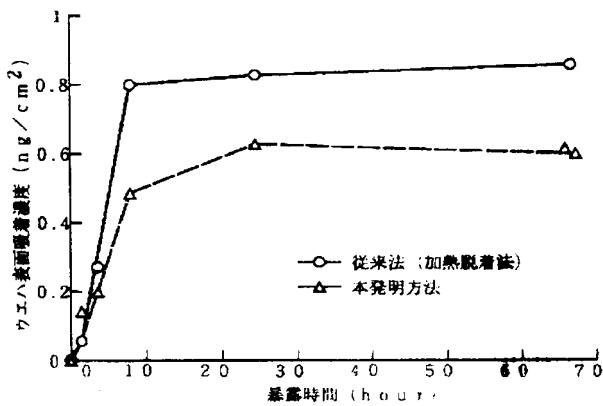
10 拭取材

11 拭取液

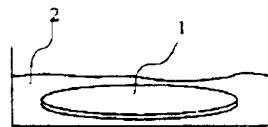
【図1】



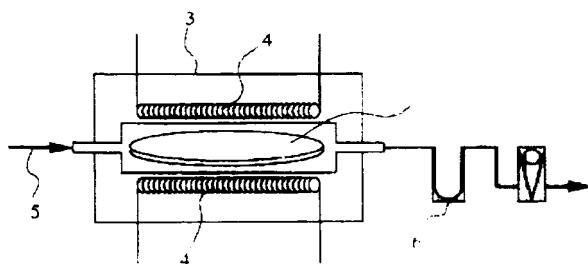
【図2】



【図3】



【図4】



フロントページの続き

(51) Int. Cl.

H01L 21/66

識別記号

F I

マークド (参考)

H01L 21/66

L

(72) 発明者 鈴木 令

東京都港区芝浦一丁目2番3号 清水建設  
株式会社内

(72) 発明者 鈴木 良延

東京都港区芝浦一丁目2番3号 清水建設  
株式会社内

Fターム(参考) 4M106 AA01 AA07 AB17 BA12 BA20

CA41 CB01 DH11